7752

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СЛАНЦЫ ГОРЮЧИЕ

МЕТОД УСКОРЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ УГЛЕРОДА КАРБОНАТОВ

ГОСТ 7752—74

Издание официальное

Цена 2 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом по обогащению твердых горючих ископаемых (ИОТТ)

Директор института **Молявко А. Р.**
Руководитель темы **Коновалова Л. Н.**
Исполнитель **Сорокина Л. П.**

ВНЕСЕН Министерством угольной промышленности СССР

Зам. министра **Никитин В. Д.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **Гличев А. В.**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 декабря 1974 г. № 2805

УДК 622.337.2:546.264-31.06(083.74) Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СЛАНЦЫ ГОРЮЧИЕ

Метод ускоренного определения содержания двуокиси углерода карбонатов

Combustible shales. Method for the accelerated determination of carbon dioxide content of the carbonates

ГОСТ 7752—74

Взамен ГОСТ 7752—55

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 декабря 1974 г. № 2805 срок действия установлен

с 01.01. 1976 г.
до 01.01. 1981 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эстонские и ленинградские горючие сланцы, продукты их обогащения и породные прослойки, сопровождающие пласты горючих сланцев, и устанавливает метод ускоренного определения содержания в них двуокиси углерода карбонатов.

Метод основан на разложении карбонатов сланца соляной кислотой при кипячении и определении выделившейся при этом двуокиси углерода титрованием избытка кислоты едким кали.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1.1. Для проведения испытания должны применяться:

колба стеклянная коническая с нормальным шлифом № 29 вместимостью 250 мл по ГОСТ 10394—72;

холодильник воздушный длиной 750 мм, диаметром 9—11 мм с нормальным шлифом № 29 на нижнем конце;

бюретки вместимостью 25 мл по ГОСТ 1770—64;

стаканчики для взвешивания с крышками по ГОСТ 7148—70;

капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 9876—73;

весы аналитические;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—66;

кислота соляная х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 3118—67, 0,5 н. раствор;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975

калия гидрат окиси (кали едкое) х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4203—65, 0,5 н. раствор;

спирт этиловый (гидролизный) ректификованный;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 1%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, свежепрокипяченная.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Определение производят параллельно в двух навесках аналитической пробы сланца, приготовленной по ГОСТ 16479—70.

Сланец перемешивают в банке шпателем или ложечкой и берут для испытания в предварительно взвешенный стаканчик навеску сланца массой 1±0,1 г при содержании CO_2 до 25% или 0,5±0,01 г при содержании CO_2 более 25%. Одновременно производят определение содержания аналитической влаги по ГОСТ 11014—70. Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,2 мг.

2.2. Навеску сланца переносят в коническую колбу. Точную массу взятой навески устанавливают по разности массы стаканчика до и после перенесения сланца в колбу.

В колбу с навеской сланца наливают 20 мл дистиллированной воды, тщательно обмывая при этом шлиф колбы, затем из бюретки приливают 25 мл раствора соляной кислоты и вставляют воздушный холодильник. Если испытуемая проба плохо смачивается водой (продукты обогащения), перед прибавлением соляной кислоты следует добавить 1 мл спирта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Содержимое колбы нагревают до кипения и кипятят 15 мин, не допуская бурного кипения, после чего колбу осторожно охлаждают водой. Кислоту с внутренней поверхности холодильника смывают в колбу дистиллированной водой из промывалки. Вынимают холодильник и тщательно обмывают над колбой шлиф холодильника и шлиф колбы. Объем раствора в колбе должен составлять около 125 мл.

3.2. К суспензии в колбе добавляют пять капель раствора фенолфталеина и оттитровывают избыток соляной кислоты раствором едкого кали до слаборозового окрашивания, не исчезающего в течение 0,5—1 мин.

При образовании темноокрашенных суспензий для более точного установления точки перехода окраски в слаборозовую титрование следует производить медленно, а при образовании очень темных суспензий следует предварительно отфильтровать твердый

осадок через складчатый фильтр и тщательно отмыть его до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание двуокиси углерода карбонатов в аналитической пробе сланца $(CO_2)^a_к$ в процентах вычисляют по формуле

$$(CO_2)^a_к = \frac{0{,}011\,(V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot 100}{m},$$

где 0,011 — масса двуокиси углерода карбонатов, соответствующая 1 мл точно 0,5 н. раствора едкого кали, г;

V_1 — объем 0,5 н. раствора соляной кислоты, взятый для испытания, мл;

K_1 — коэффициент для приведения раствора соляной кислоты к точно 0,5 н. раствору;

V_2 — объем 0,5 н. раствора едкого кали, израсходованный на нейтрализацию избытка соляной кислоты, мл;

K_2 — коэффициент для приведения раствора едкого кали к точно 0,5 н. раствору;

m — масса навески испытуемой аналитической пробы сланца, г.

4.2. Содержание двуокиси углерода карбонатов в абсолютно сухом сланце $(CO_2)^c_к$ в процентах вычисляют по формуле

$$(CO_2)^c_к = (CO_2)^a_к \cdot \frac{100}{100 - W^a},$$

где W^a — содержание аналитической влаги в испытуемой пробе, определенное по ГОСТ 11014—70, %.

4.3. Допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать величин, приведенных в таблице.

Содержание двуокиси углерода карбонатов, %	Допускаемые расхождения между результатами, %	
	двух параллельных определений в одной лаборатории	двух определений по дубликатам одной лабораторной пробы в разных лабораториях
До 10	0,3	0,5
Св. 10 „ 25	0,5	0,7
„ 25 „ 35	0,7	0,9

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, производят третье определение и за окончательный результат принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов определений в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к результатам каждого из двух предыдущих, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

Все вычисления производят до второго десятичного знака, окончательные результаты округляют до первого десятичного знака.

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *А. Г. Старостин*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. [illegible] Подп. в печ. 24.02.75 0,375 п. л. Тир. 6000 Цена 2 коп.

Издательство стандартов, Москва, Д-22, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 59